

200014345

(11) Publication number:

Generated Document.

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(21) Application number: 10320373

(51) Intl. Cl.: A61K 7/06 A61K 7/075 A61K 7/08

(22) Application date: 11.11.98

(30) Priority:

(43) Date of application 23.05.00

publication:

(84) Designated

contracting states:

(71) Applicant: KAO CORP

(72) Inventor: TERASAKI HIROYUKI

**FUJIO AKIRA** 

NISHIYAMA NAOHIRO YAMANE HIDEFUMI FUKUHARA KAZUHISA

ONIZUKA SATOSHI

(74) Representative:

## (54) HAIR COSMETIC

## (57) Abstract:

### PROBLEM TO BE SOLVED:

To obtain a hair cosmetic capable of imparting good flexibility, smoothness, moist touch and dry touch to the hair by adding a specific cationic surfactant exhibiting good biodegradability, a higher alcohol and a silicone.

SOLUTION: This hair cosmetic contains (A) a cationic surfactant of formula I (R1 is a 8-24C alkyl or alkenyl; R2 is a 1-5C alkenyl; R3-R5 are each a 1-24C alkyl, an alkenyl or a hydroxyalkyl; X- is an anion) (for example, a compound of formula II), (B) a higher alcohol (a higher alcohol having an

Best Available Copy

awyl or alkenyl group, for example, cetyl alcohol), and (C) a silicone (for example, a dimethylpolysiloxane of formula III [(a) is 3-20,000]. The components A, B and C are contained in amounts of 0.1-20 wt.%, especially 1-10 wt.%, 0.1-30 wt.%, especially 1-20 wt.%, and 0.01-20 wt.%, especially 0.1-10 wt.%, respectively.

COPYRIGHT: (C)2000,JPO

$$\begin{array}{c|c}
CH_3 & CH_3 \\
CH_3 - Si - 0 - Si - 0 + Si - CH_3 \\
CH_3 & CH_3 \\
CH_3 & CH_3
\end{array}$$



# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-143458 (P2000-143458A)

(43)公開日 平成12年5月23日(2000.5.23)

(51) Int.Cl.7

識別記号

FΙ

テーマコート\*(参考) 4 C 0 8 3

A61K 7/06

7/075 7/08 A61K 7/06

7/075

7/08

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全 8 頁)

(21)出願番号

特願平10-320373

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

(22)出願日

平成10年11月11日(1998.11.11)

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72)発明者 寺▲崎▼ 博幸

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研

究所内

(72) 発明者 藤生 明

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研

究所内

(74)代理人 100063897

弁理士 古谷 馨 (外3名)

最終頁に続く

#### (54) 【発明の名称】 毛髪化粧料

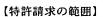
#### (57) 【要約】

【課題】 生分解性に優れた陽イオン界面活性剤を含有し、毛髪に対して良好な柔軟性、平滑性、更にしっとり感やさらさら感を付与することができる毛髪化粧料の提供。

【解決手段】 一般式(I)で表される陽イオン界面活性剤、高級アルコール、及びシリコーン類を含有する毛髪化粧料。

#### 【化1】

【式中、 $R^1$  は炭素数  $8 \sim 24$ の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、 $R^2$  は炭素数  $1 \sim 5$  の直鎖もしくは分岐鎖のアルキレン基、 $R^3$ 、 $R^4$  及び $R^5$  は同一又は異なって、炭素数  $1 \sim 24$ の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基を示し、 $X^2$  は陰イオンを示す。〕



【請求項1】(a) 一般式(I) で表される陽イオン界面 活性剤

【化1】

[式中、 $R^1$  は炭素数  $8 \sim 24$ の直鎖もしくは分岐鎖のアル 10 キル基又はアルケニル基、 $R^2$  は炭素数  $1 \sim 5$  の直鎖もしくは分岐鎖のアルキレン基、 $R^3$ 、 $R^4$  及び $R^5$  は同一又は異なって、炭素数  $1 \sim 24$ の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基を示し、 $X^-$  は陰イオンを示す。〕

- (b) 高級アルコール
- (c) シリコーン類

を含有する毛髪化粧料。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は微生物による分解性が良好な陽イオン界面活性剤を含有し、かつ毛髪に対し良好な柔軟性や平滑性、更にしっとり感やさらさら感を付与する上で優れた効果を発揮する毛髪化粧料に関する。

[0002]

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】毛髪化粧料には、毛髪に対して柔軟性や平滑性を付与することが求められており、陽イオン界面活性剤として、セチルトリメチルアンモニウムクロライド、ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド、ベヘニルトリメチルアンモニウムクロライド、ジセチルジメチルアンモニウムクロライド等の長鎖アルキル基を有する四級アンモニウム塩が用いられているが、微生物による分解性(以下「生分解性」という)に乏しい欠点を有している。消費者は、環境に優しいものを求める傾向にあり、生分解性に優れる基剤が求められている。

【0003】本発明の課題は、生分解性に優れた陽イオン界面活性剤を含有し、毛髪に対して良好な柔軟性、平

滑性、更にしっとり感やさらさら感を付与することがで きる毛髪化粧料を提供することにある。

[0004]

【課題を解決するための手段】本発明は、特定の陽イオン界面活性剤が良好な生分解性を有し、高級アルコール及びシリコーンと共に用いることによって毛髪に対して良好な柔軟性、平滑性やしっとり感、さらさら感を付与できることを見出し、完成された。すなわち本発明は、

(a) 一般式(I) で表される陽イオン界面活性剤

[0005]

【化2】

【0006】〔式中、R<sup>1</sup>は炭素数8~24の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、R<sup>2</sup>は炭素数1~5の直鎖もしくは分岐鎖のアルキレン基、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>及びR<sup>5</sup>は同一又は異なって、炭素数1~24の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基を示し、X<sup>2</sup>は陰イオンを示す。〕

- (b) 高級アルコール
- (c) シリコーン類

を含有する毛髪化粧料である。

[0007]

【発明の実施の形態】本発明で用いられる(a) 成分の陽イオン界面活性剤において、R¹は炭素数12~22、特に炭素数14~18の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基が好ましい。R²はメチレン基、エチレン基が好ましい。R³、R⁴及びR⁵はメチル基、エチル基、ヒドロキシエチル基、ヒドロキシプロピル基が好ましい。X゚で示される陰イオンとしては、CI⁻、Br⁻等のハロゲンイオンを挙げることができ、CI⁻が好ましい。

【0008】(a) 成分の陽イオン界面活性剤の好ましい 具体例として、次の化合物が挙げられる。

[0009]

[化3]

【0010】(a) 成分の陽イオン界面活性剤は、アルコ ールとモノハロゲンカルボン酸を反応させてモノハロゲ ンカルボン酸アルキルエステルを得、これを三級アミン で四級化することにより得られる。ここで用いられるア ルコールとしては、セタノール、セチルアルコール、ス テアリルアルコール、ベヘニルアルコール等が挙げられ る。なお本発明のセタノールはセチルアルコールを主成 分とし、ステアリルアルコール、オレイルアルコール等 の高級アルコールを含有するものである。モノハロゲン カルポン酸としては、モノクロロ酢酸、モノブロモ酢 酸、モノクロロ酪酸、モノクロロプロピオン酸等が挙げ られる。また三級アミンとしては、トリメチルアミン、 トリエチルアミン、N, N-ジメチルエタノールアミ ン、N、N-ジメチルイソプロパノールアミン等が挙げ られる。

【0011】モノハロゲンカルボン酸のアルコールに対 する反応モル比は、0.5 ~3.0 が好ましく、0.8 ~2.0 が更に好ましい。この時の反応温度は80~200 ℃が好ま しく、100~180℃が更に好ましい。また、硫酸、パラ トルエンスルホン酸等の酸触媒を用いることで、短時間 でより効率的に反応を行うこともできる。

【0012】三級アミンのモノハロゲンカルボン酸アル キルエステルに対する反応モル比は、1.0 ~2.0 が好ま しく、1.0~1.2 が更に好ましい。この時の反応温度は 30~100 ℃が好ましく、50~70℃が更に好ましい。この 四級化反応は、エタノール、イソプロパノール等の溶媒 を用いて行うのが好ましい。

【0013】本発明の(b) 成分の高級アルコールとして は、直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基 を有する高級アルコール類、好ましくは炭素数12~26の 50

直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を有 する高級アルコール、更に好ましくはセタノール、セチ ルアルコール、ステアリルアルコール、アラキルアルコ ール、ベヘニルアルコール、カラナーピルアルコール、 セリルアルコール等の高級アルコールが挙げられ、特に セタノールが好ましい。

【0014】本発明の(c) 成分のシリコーン類として は、例えば次の(A) ~(K) が挙げられる。

(A) 下記式 (II) で表されるジメチルポリシロキサン [0015]

$$\begin{array}{c|c}
(\text{Hz 4}) \\
\text{CH}_3 & \text{CH}_3 \\
\text{CH}_3 - \text{Si} - 0 \\
\text{CH}_3 & \text{CH}_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
\text{CH}_3 & \text{CH}_3 \\
\text{Si} - \text{CH}_3 \\
\text{CH}_3 & \text{CH}_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
\text{CH}_3 & \text{CH}_3 \\
\text{CH}_3 & \text{CH}_3
\end{array}$$

【0016】(式中、aは3~20000 の数を示す。)

(B) メチルフェニルポリシロキサン

(C) アミノ変性シリコーン

特に好ましいアミノ変性シリコーンは一般式(!!!)で表 されるものである。

[0 0 1 7]
[化5]
$$H0 = \begin{cases} CH_3 \\ Si = 0 \end{cases} b = \begin{bmatrix} CH_3 \\ Si = 0 \end{bmatrix} c H$$
(111)

【0018】 (式中、R6は [0019]

30

【化6】

$$-R^{7}-(R^{8})_{d}-(NHCH_{2}CH_{2})_{c}-N < R^{9}$$

$$R^{10}$$

$$R^{9}$$

$$R^{10}$$

$$-R^{7}-(R^{8})_{d}-(NHCH_{2}CH_{2})_{c}-N-R^{9}$$

$$R^{9}$$

$$R^{9}$$

$$R^{9}$$

$$R^{9}$$

【0022】 $R^9$ 及び $R^{10}$  は水素原子又は 1 価の炭化水素基を示し、d及びeは $0\sim6$  の整数を示し、Y-はハロゲンイオン又は有機アニオンを示す)で表されるアミノアルキル基を示す。b及び c は分子量に依存する整数を示す。〕

さらに好ましいものは、 $R^6$ が -  $(CH_2)_3$ -NH- $(CH_2)_2$ -NH  $_2$ で、平均分子量が約3000~100000のもの〔アモジメチコーン (Amodime thi cone)〕である。

【0023】上記のアミノ変性シリコーンは水性乳濁液として用いることが好ましく、該水性乳濁液は、例えば特公昭56-38609号公報に記載されている方法に従って、環状ジオルガノポリシロキサンとオルガノジアルコキシシランとを、四級アンモニウム塩系界面活性剤及び水の存在下に乳化重合することにより得られる。また、上記アミノ変性シリコーンを水性乳濁液として用いる場合、該水性乳濁液中に含有されるアミノ変性シリコーンの量は20~60重量%が好ましく、30~50重量%が更に好ましい。好ましいアミノ変性シリコーン水性乳濁液としては、SM8704C(トーレ・シリコーン株式会社製)やDC939(ダウ・コーニング株式会社製)等が挙げられる。

【0024】(D) 脂肪酸変性ポリシロキサン、(E) アルコール変性シリコーン、(F) 脂肪族アルコール変性ポリシロキサン、(G) ポリエーテル変性シリコーン、(H) エポキシ変性シリコーン、(I) フッ素変性シリコーン、(J) 環状シリコーン、(K) アルキル変性シリコーン。【0025】これらのシリコーン類において、リンス、コンディショナー等のすすぎ流すタイプの毛髪化粧料の場合には、上記(A) 〔尚、式(II)中、aは仕上がり感の目的に応じて、3~20000まで選択できるが、軽い仕上がりのタイプとしては100~1000が好ましい)、(C)、(F)、(G) 及び(J) が好ましい。また、ヘアークリーム、リーブオントリートメント等のすすがないタイプの毛髪化粧料の場合には、上記(A) 〔尚、油性感の低減という目的のためには、式(II)中、aが2000~8000のものが好ましい〕、(B)、(C)、(G) 及び(J) が好ましい。

【0026】本発明の毛髪化粧料中の(a) 成分の含有量 50 ント等に用いることができる。

は 0.1~20重量%が好ましく、1~10重量%がより好ましい。0.1 重量%以上で良好な感触が得られ、20重量%以下では保存時における沈殿、固化、分層等の製品の安定性上の問題がない。(b) 成分の含有量は 0.1~30重量%が好ましく、1~20重量%がより好ましい。0.1 重量%以上で高級アルコール特有の柔軟性、しっとり感が発揮され、30重量%以下では製品の安定性上の問題がない。(c) 成分の含有量は0.01~20重量%が好ましく、0.1~10重量%がより好ましい。0.01重量%以上でシリコーン特有の感触が発揮され、20重量%以下では製品の安

【0027】本発明の毛髪化粧料中の(a) 成分と(b) 成分の割合は、アルコールの乳化安定性の観点から、(a) /(b) (重量比) = $10/1\sim1/10$ が好ましく、 $1/1\sim1/10$ が更に好ましい。また(a) 成分と(b) 成分の和と(c) 成分との割合は、製品安定性の観点から、[(a) + (b)]/(c) (重量比) = $10/1\sim1/10$ が好ましく、 $10/1\sim1/1$ が更に好ましい。

定性上の問題がない。

【0028】本発明の毛髪化粧料には、上記成分以外に、必要に応じて、(a) 成分以外の陽イオン界面活性剤、時性乳面活性剤、両性界面活性剤等の界面活性剤、炭化水素、ラノリン誘導体、高級脂肪酸エステル類、高級脂肪酸類、油脂類、グリセリン、保湿剤、カチオン性ポリマー、多糖類、ポリベプタイド、パール化剤、溶剤、液晶形成基剤、芳香族スルホン酸類、色素、香料、噴射剤、キレート剤、pH調整剤、防腐剤、抗フケ剤等を本発明の目的を損なわない範囲内で適宜配合することができる。これらの成分は、それぞれが有する性質を考慮して、1種又は2種以上を組合わせて配合することができる。

【0029】本発明の毛髪化粧料は、水溶液、エタノール溶液、エマルション、サスペンション、ゲル、液晶、固形、エアゾール等の所望の剤型にすることができる。 【0030】本発明の毛髪化粧料は、ヘアリンス、ヘアコンディショナー、ヘアトリートメント、ヘアパック、ヘアクリーム、コンディショニングムース、ヘアムース、ヘアスプレー、シャンプー、リーブオントリートメント等に用いることができる。



[0031]

【発明の効果】本発明の毛髮化粧料は、生分解性に優れる陽イオン界面活性剤を含有しているので、通常の陽イオン界面活性剤を用いた毛髮化粧料に比べて対環境性にも優れ、また毛髪に対しても良好な柔軟性、平滑性、しっとり感及びさらさら感といった感触を付与することができる。

[0032]

【実施例】実施例1

表1に示す陽イオン界面活性剤1~4、又は比較のため 10 に表2に示す従来の陽イオン界面活性剤を用い、表2に\*

\*示す組成のヘアリンス剤(本発明品1~4及び比較品1 ~4)を常法により製造した。これらのヘアリンス剤に ついて、下記の方法により柔軟性等を官能評価した。結 果を表2に示す。

【0033】また、本発明の陽イオン界面活性剤1、及び比較のセチルトリメチルアンモニウムクロライドについて、下記の方法で生分解性試験を行った。結果を図1に示す。

[0034]

【表1】

	陽イオン界面 活性剤No.	(a) 成分の陽イオン界面活性剤					
	1	CH <sub>3</sub>   <sub>+</sub> C <sub>36</sub> H <sub>33</sub> OCOCH <sub>2</sub> -N-CH <sub>3</sub> C1-       CH <sub>3</sub>					
	2	CH <sub>3</sub> C <sub>13</sub> H <sub>37</sub> OCOCH <sub>2</sub> - N - CH <sub>3</sub> Cl - CH <sub>3</sub>					
. ]	3	CH₂CH3   ↓ C14H33OCOCH2 — N — CH2CH3 C1 —     CH2CH3					
	4	CH₃ C₁₅H₃₃OCOCH₂ -N <sup>+</sup> - CH₂CH(CH₃)OH C1 <sup>-</sup>       CH₃					

【0035】〈評価方法〉コールドパーマ等の化学処理をしたことのない日本人女性の毛髪20g(長さ20cm、平均直径60μm)を束ね、陰イオン界面活性剤を主体とする市販のシャンプーを用いて洗浄した。その後へアリンス剤2.0gを均一に塗布し、30秒間40℃の流水ですすいだ。このすすぎ時の毛髪の柔軟性、平滑性と、タオルドライ 40後、ドライヤーで十分に乾燥させた後の乾燥時のしっとり感、さらさら感について下記の基準に従って評価した。

◎:非常に良好、○:良好、×:不良

<生分解性試験方法>○ECDテストガイドライン301C 準拠法 (クーロメータ法)、被験物質:15mg/L、処理場 汚泥:50.0mg/L、試験期間:7日間

図1の生分解性試験の結果から明らかな様に、本発明の 陽イオン界面活性剤は良好な生分解性を有していたが、 従来用いられていたセチルトリメチルアンチェウムクロ

従来用いられていたセチルトリメチルアンモニウムクロ ライドは、生分解性が劣っていた。

[0036]

【表 2 】

	•								
		本発明品			比 較 品				
		1	2	3	4	1	. 2	3	. 4
	陽イオン界而活性剤 1	1.5				1.5			
ヘアリンス剤組成 (重量%)	陽イオン界而活性剤2		1.5						
	陽イオン界而活性剤3			1.5			1.5		
	陽イオン界面活性剤4				1.5				
	セチルトリノチルアンモニウムクロライド							1.5	
	ジセチルジメナルアンモニウムクロライド								1. 5
	セタノール・	3. 5	3. 5	3. 5	3. 5	3. 5	3.5	3.5	3. 5
	ジメチルポリシロキサン (平均分子最9000)	2	2	2	2			2	2
	クエン酸	0. 1	0.1	0. 1	0. 1	0. 1	0.1	0.1	0. 1
	精 製 水	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	パランス	バランス	バランス
評	柔軟性	0	0	0	0	0	0	0	0

0

0

0

0

0

【0037】注)

#### \*おいても同様

0

0

0

0

0

0

0

О

0

О

\*: セタノールは、セチルアルコール/ステアリルアル

価

紺

実施例2

コールの重量比7/3の混合物である。以下の実施例に\*

平滑性

しっとり感

さらさら感

下記組成のヘアリンス剤を製造した。

陽イオン界面活性剤 1	3.0 重量%
セタノール	3.0 重量%
ジメチルポリシロキサン (平均分子量9000)	3.0 重量%
ポリエーテル変性シリコーン	1.0 重量%
パルミチン酸イソプロピル	0.5 重量%
プロピレングリコール	3.0 重量%
ジエチレングリコールモノエチルエーテル	1.0 重量%
50%クエン酸水溶液	0.06重量%
香料、メチルパラベン	適量
精製水	パランス

Ж

このリンスは、湿潤時、乾燥後とも良好な感触を示し

※【0038】実施例3

陽イオン界面活性剤2

下記組成のヘアリンス剤を製造した。 3.0 重量%

3.5 重量%

・セタノール

2.5 重量%

ジメチルポリシロキサン (平均分子量9000)

パルミチン酸イソプロピル

0.5 重量%

ペンタエリスリトールイソステアリルグリシジルエーテル 0.5 重量% ジエチレングリコールモノブチルエーテル

5.0 重量%

50%クエン酸水溶液

0.06重量% 適量

香料、メチルパラベン 精製水

バランス

このリンスは、湿潤時、乾燥後とも良好な感触を示し

【0039】実施例4

た。

た。

陽イオン界面活性剤4

セタノール

下記組成のコンディショニングシャンプーを製造した。

5.0 重量%

0.5 重量%

ジメチルポリシロキサン (平均分子量9000)

5.0 重量% 10.0 重量%

ポリオキシエチレンラウリルエーテル

(エチレンオキサイド平均付加モル数=15)

1.0 重量%

ラウロイルジエタノールアミド ポリオキシエチレンラウリルエーテルスルホコハク酸

エステル2Na (エチレンオキサイド平均付加モル数=3)

4.0 重量%

カチオン化セルロース

0.5 重量%

プロピレングリコール

0.5 重量%

エチレングリコールジステアレート

2.0 重量%

50%クエン酸水溶液

0.6 重量%

香料、メチルパラペン

適量

精製水

パランス

このコンディショニングシャンプーは、湿潤時、乾燥後

\*【0040】実施例5

とも良好な感触を示した。

下記組成のヘアトリートメントを製造した。

陽イオン界面活性剤4

8.0 重量%

セタノール

7.0 重量%

ジメチルポリシロキサン (平均分子量9000)

5.0 重量%

モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン

0.5 重量%

(エチレンオキサイド平均付加モル数=20)

ベヘン酸

1.0 重量%

ジプロピレングリコール

6.0 重量%

グリセリン

10.0 重量%

50%クエン酸水溶液

香料、メチルパラベン

0.6 重量% 適量

精製水

パランス

【図1】 本発明の陽イオン界面活性剤1、及び比較の

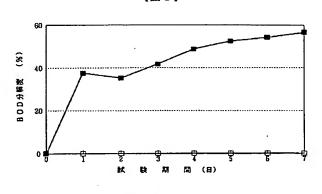
このヘアトリートメントは、湿潤時、乾燥後とも良好な 感触を示した。

セチルトリメチルアンモニウムクロライドの生分解性試

験結果を示すグラフである。

【図面の簡単な説明】

【図1】



ロ: セチルトリメチルアンモニウムクロライド

■:陽イオン界面活性剤 1

フロントページの続き

(72) 発明者 西山 直宏

(72) 発明者 山根 英史

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会 社研究所内

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会 社研究所内



(72) 発明者 福原 和久

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会

社研究所内

(72) 発明者 鬼塚 聡

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会

社研究所内

Fターム(参考) 4C083 AC071 AC072 AC122 AC172 AC182 AC242 AC302 AC352 AC392 AC482 AC642 AC691 AC692 AC792 AD132 AD161 AD162 BB06 CC33 CC38 CC39 DD23 EE06 EE28

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

□ BLACK BORDERS

☑ HMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

□ FADED TEXT OR DRAWING
□ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
□ SKEWED/SLANTED IMAGES
□ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
□ GRAY SCALE DOCUMENTS
□ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
□ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**□** OTHER: \_\_\_\_

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.